

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 768793

10.11.80
SCIENCE REFERENCE LIBRARY

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 14.02.78 (21) 2591084/23-26

с присоединением заявки —

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано 07.10.80. Бюллетень № 37

(45) Дата опубликования описания 10.11.80

(51) М.Кл.³ C 09 C 1/58
B 01 F 17/52

(53) УДК 661.666.4
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

М. М. Медников, Ю. Н. Никитин, С. В. Орехов,
Н. Н. Расторгуева, Л. П. Шадрин, Л. В. Космодемьянский,
Е. П. Копылов, В. П. Бугров и Г. Н. Шварева

(71) Заявитель

Всесоюзный научно-исследовательский институт
технического углерода

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДНОЙ ДИСПЕРСИИ САЖИ

1

Изобретение относится к способам получения водной дисперсии сажи и может быть использовано в промышленности технического углерода и синтетического каучука, а также в строительной, лакокрасочной, резинотехнической и других отраслях промышленности.

Известен способ получения водной дисперсии сажи с применением в качестве диспергатора солей полимера альфа-оксипропионовой кислоты [1].

Однако дисперсия, приготовленная по такому способу, неудовлетворительно совмещается с латексом каучука, что отрицательно влияет на прочность изделий на основе саженатолненных каучуков.

Известен также способ получения водных дисперсий неорганических веществ, по которому сажу диспергируют при перемешивании в водных растворах сополимеров акриловых кислот и их производных со степенью полимеризации 10—500 при содержании сополимеров 0,2—10% от веса сажи [2].

Однако дисперсии печной сажи, приготовленные по такому способу, расслаиваются при хранении.

Целью изобретения является повышение стабильности водной дисперсии сажи при хранении.

2

Поставленная цель достигается тем, что обрабатывают сажу при перемешивании в водном растворе сополимеров акриловых кислот с их производными со степенью полимеризации 570—5600 при содержании сополимеров 0,2—10% от веса сажи.

Отличие предложенного способа заключается в том, что используют сополимеры со степенью полимеризации 570—5600.

В качестве таких сополимеров могут применяться продукты совместной полимеризации метакриловой или акриловой кислоты с метакрилатом щелочного металла, метакриламидом, бутилметакрилатом, бутилакрилатом, монометакрилатом этиленгликоля и другими производными акриловых кислот, а также тройные сополимеры указанных мономеров. Из них наибольшее предпочтение следует отдать сополимеру метакриловой кислоты с метакрилатом натрия при весовом соотношении мономеров 1:1 с числом полимеризации 3500—4000, выпускаемому отечественной промышленностью под техническим названием «Продукт комета».

Сополимеры со степенью полимеризации 570—5600, т. е. более высокомолекулярные и по этой причине образующие водные растворы с повышенной вязкостью по сравнению с применявшимися ранее, за-

трудняют броуновское движение диспергированных сажевых частиц, замедляют процессы их коагуляции и отделения от дисперсионной среды, что и обеспечивает высокую стабильность дисперсий. При уменьшении степени полимеризации сополимеров ниже 570 сжижается стабильность дисперсий при хранении, а при степени полимеризации выше 5600 резко ухудшается способность сополимера растворяться в воде и соответственно сжижаются его диспергирующие и стабилизирующие свойства.

Наибольшая стабильность дисперсий по предлагаемому способу достигнута при применении сополимеров в количестве 0,2—10 вес. % от веса сажи. Для 5%-ных водных дисперсий сажи это соответствует применению 0,01—0,5% водных растворов сополимеров. При меньшей концентрации сополимеров не достигается высокая стабильность дисперсий, а применение более высоких концентраций сополимеров нежелательно из-за повышенного пенообразования при приготовлении и применении дисперсий.

Водные дисперсии сажи, полученные по предлагаемому способу, не расслаиваются в течение любого времени хранения, т. е. они обладают исключительно высокой стабильностью. При применении таких дисперсий для получения саженатолненных каучуков сокращается расход электролитов на совместную коагуляцию сажелатексной смеси, а каучуки характеризуются улучшенным комплексом свойств. Предлагаемый способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. В стакан емкостью 3 л загружают 2 л дистиллированной воды и 1 г сополимера метакриловой кислоты и метакрилата натрия (соотношение 1:1) с моле-

кулярным весом около 300 тыс. и с числом полимеризации 3092 (техническое название «Комета»). После перемешивания получают 0,05%-ный водный раствор сополимера. Таким же образом готовят раствор сополимера с концентрацией 0,01 вес. %, 0,1 вес. %, 0,25 вес. % и 0,5 вес. %. В шаровую мельницу помещают 100 г высокоактивной печной сажи ПМ-100 с удельной геометрической поверхностью 96 м²/г и показателем масляного числа 104 мл/100 г и 2 л одного из приготовленных выше растворов. Содержимое перемешивают и получают 5%-ную водную дисперсию сажи. Опыт повторяют с растворами других концентраций. Готовит также контрольную дисперсию сажи в 0,25%-ном водном растворе такого же сополимера со степенью полимеризации 180. Определяют вязкость приготовленных дисперсий по времени истечения через калиброванное отверстие воронки вискозиметра ВЗ-4. По 20 мл дисперсий отливают в пробирки, оставляют на хранение и наблюдают за их состоянием. В дисперсиях с недостаточной стабильностью сажа начинает коагулировать и оседать, в результате чего через некоторое время в верхней части дисперсии образуется прозрачный слой водной фазы. Замеряют толщину этого слоя. Результаты испытания дисперсий приведены в табл. 1 и 2.

Пример 2. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,25%-ный водно-щелочной раствор сополимера метакриловой кислоты и метакриламида при соотношении мономеров 1:1 и степенью полимеризации 5600 (продукт «Метас»). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1
Результаты определения вязкости водных дисперсий сажи ПМ-100

Сополимер	Содержание сополимера, вес. %		Время истечения дисперсий, сек
	в водном растворе	в дисперсии от веса сажи	
Комета	0,01	0,2	17
	0,05	1,0	19
	0,10	2,0	22
	0,25	5,0	25
	0,50	10,0	28
Метас	0,25	5,0	23
Лак 4 ^a	0,25	5,0	21
Лак 3 ^a	0,50	10,0	20
Сополимер с числом полимеризации 80 (контрольная дисперсия)	0,25	5,0	18

Результаты оценки стабильности водных дисперсий
сажи ПМ-100

Таблица 1

Время хранения дисперсии, сут.	Высота прозрачного слоя водной фазы в дисперсии, мм:								
	комета с содержанием в дисперсии от веса сажи, %					метас	лак 4 ^а	лак 3 ^а	контроль дисперсии
	0.2	1.0	2.0	3.0	10.0				
1	0	0	0	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	2 13 20 22 23 24
5	1	0	0						
20	5	2	0						
50	7	3	0						
80	8	3	1						
120	8	3	1	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	Не расслаивается	
160	8	3	1						

Пример 3. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,25%-ный водный раствор сополимера метакриловой кислоты и бутилметакрилата с соотношением мономеров 2:3 и со степенью полимеризации 570 (лак 4^а). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Пример 4. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но вместо водного раствора продукта «Комета» применяют 0,5%-ный водный раствор тройного сополимера метакриловой кислоты, бутилакрилата и монометакрилата этиленгликоля при соотношении мономеров 1:8:1 со степенью полимеризации 620 (лак 3^а). Результаты испытания дисперсии приведены в табл. 1 и 2.

Пример 5. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но применяют высокоструктурную печную сажу ПМ-100В с удельной геометрической поверхностью 98 м²/г и показателем масляного числа 126 мл/100 г, которую диспергируют в 0,25%-ном водном растворе продукта «Комета».

Дисперсия не расслаивается в течение полугода хранения и характеризуется временем истечения из воронки вискозиметра 26 сек.

Пример 6. Приготовление водной дисперсии сажи проводят, как в примере 1, но применяют высокоструктурную печную сажу ПМ-120В с удельной геометрической по-

верхностью 118 м²/г и показателем масляного числа 132 мл/100 г, которую диспергируют в 0,25%-ном водном растворе продукта «Комета». Дисперсия не расслаивается в течение полугода хранения и характеризуется временем истечения из воронки вискозиметра 27 сек.

Из приведенных примеров видно, что водные дисперсии сажи, полученные по предлагаемому способу, имеют более высокую вязкость, оцениваемую временем истечения из воронки вискозиметра, и значительно превосходят по стабильности известную дисперсию.

Формула изобретения

Способ получения водной дисперсии сажи обработкой сажи при перемешивании в водном растворе сополимеров акриловых кислот с их производными при содержании сополимеров 0,2—10% от веса сажи, отличающийся тем, что, с целью повышения стабильности дисперсии при хранении, используют сополимеры со степенью полимеризации 570—5600.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Патент Франции № 2300611, кл. В 01 F 17/52, опублик. 15.10.76.

2. Патент Великобритании № 1431847, кл. В 01 F 17/00, опублик. 14.04.76 (прототип).

Составитель Т. Ильинская

Редактор Л. Курасова

Техред О. Павлова

Корректор С. Файн

Заказ 1287/1297

Изд. № 481

Тираж 729

Подписное

НПО «Поиск» Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»

LG ANSWER 2 OF 5 CA COPYRIGHT 1995 ACS
AN 94:124033 CA
TI Aqueous carbon black dispersion
IN Mednikov, M. M.; Nikitin, Yu. N.; Drekhov, S. V.; Rastorgueva, N. N.;
Shadrin, L. P.; Kosmodem'yanskii, L. V.; Kopylov, E. P.; Bugrov, V. P.;
Shvareva, G. N.
PA All-Union Scientific Research Institute of Technical-Grade Carbon, USSR
SO U.S.S.R.
From: Otkrytiya. Izobret., Prom. Obraztsy, Tovarnye Znaki 1980, (37). 88.
CODEN: URXXAF
PI SU-768793 801007 ✓
AI 78SU-2591084 780214
DT Patent
LA Russian
AB Title dispersion with increased stability was prepd. by treating C black
with mixing in an aq. soln. of acrylic acid copolymers with their derivs.
contg. 0.2-10% copolymers with the degree of polymn. 570-5600 (based on
the wt. of C black).